

# Patent Abstracts of Japan

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコ-ト*(参考)
B 0 1 D 39/20		B 0 1 D 39/20	D 4 D 0 1 9
46/00	3 0 2	46/00	3 0 2 4 D 0 5 8

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願2000-338069(P2000-338069)	(71) 出願人	000004064 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番56号
(22) 出願日	平成12年11月 6 日 (2000. 11. 6)	(72) 発明者	真鍋 弘幸 愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番56号 日 本碍子株式会社内
		(72) 発明者	左近 淳司 愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番56号 日 本碍子株式会社内
		(74) 代理人	100088616 弁理士 渡邊 一平
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 ハニカムフィルタ及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 目封じ部、および基材にクラックが発生したり、目封じ部が基材からの剥離や脱落を起こしたりすることのないハニカムフィルタ、および前記特性を有し、かつ、製造工程が短縮されるとともに製造コストの削減もなされたハニカムフィルタの製造方法を提供する。

【解決手段】 目封じ材が該セラミックス基材と同じ材質のセラミックス粉砕物から構成されていることを特徴とするハニカムフィルタである。セラミックス粉末から調製した坯土を多数の平行な流通路を有するハニカム形状に成形する成形工程と、流通路の端部を交互に目封じする目封じ工程と、ハニカム成形体を焼成する焼成工程とを含む多孔質のセラミックス基材からなるハニカムフィルタの製造方法であって、セラミックス基材と同材質のセラミックスを粉砕し、当該セラミックス粉砕物を用いて目封じする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 多数の平行な流通路を有するとともに、該流通路の端部が交互に目封じされた多孔質のセラミックス基材からなるハニカムフィルタであって、目封じ材が該セラミックス基材と同じ材質のセラミックス粉砕物から構成されていることを特徴とするハニカムフィルタ。

【請求項2】 セラミックス粉砕物が、セラミックス基材の焼成粉砕物70～80重量%と、セラミックス基材の未焼成粉砕物20～30重量%からなる請求項1記載のハニカムフィルタ。

【請求項3】 セラミックス粉砕物の最大粒径が500 $\mu$ mである請求項1または2に記載のハニカムフィルタ。

【請求項4】 目封じ材がセラミックス粉砕物100重量部と水33～43重量部からなる請求項1～3のいずれか一項に記載のハニカムフィルタ。

【請求項5】 最外周以外の流通路の目封じ深さ平均値が、最外周の流通路の目封じ深さ平均値の1.1～1.3倍である請求項1～4のいずれか一項に記載のハニカムフィルタ。

【請求項6】 セラミックス粉末から調製した坯土を多数の平行な流通路を有するハニカム形状に成形する成形工程と、該流通路の端部を交互に目封じする目封じ工程と、ハニカム成形体を焼成する焼成工程とを含む多孔質のセラミックス基材からなるハニカムフィルタの製造方法であって、

該セラミックス基材と同材質のセラミックスを粉砕し、当該セラミックス粉砕物を用いて目封じすることを特徴とするハニカムフィルタの製造方法。

【請求項7】 セラミックス粉砕物が、セラミックス基材の焼成粉砕物70～80重量%と、セラミックス基材の未焼成粉砕物20～30重量%との混合物である請求項6記載のハニカムフィルタの製造方法。

【請求項8】 目開き500 $\mu$ m以下の篩を通したセラミックス粉砕物を用いる請求項6または7に記載のハニカムフィルタの製造方法。

【請求項9】 セラミックス粉砕物100重量部に対し、水33～43重量部を混合した目封じ材を用いて目封じする請求項6～8のいずれか一項に記載のハニカムフィルタの製造方法。

【請求項10】 目封じ工程に次いで焼成工程を有する請求項6～9のいずれか一項に記載のハニカムフィルタの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明はハニカムフィルタおよびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、集塵装置は紙や繊維、高分子樹脂を使用したバグフィルタが主流であったが、近年、公害防止等の環境対策、高温ガスからの製品回収、クリーンな高温エネルギー回収のため、高分子材料が使用不可能である250℃以上の温度域における集塵が必要な市場が増えてきた。

【0003】 このような状況下、セラミックスは、耐熱性、耐食性に優れ、高温、腐食性ガス雰囲気でのフィルタ材料として好ましい特性を有している。このセラミックスを材料としたセラミックスフィルタとしては、例えば管状のもの、或いは、一方が閉じた管状であるキャンドルタイプと呼ばれる形状のもの等を挙げることができ、現在、集塵用のハニカムフィルタは、高温ガスからの製品の回収、環境対策を狙いとした排ガスからのダストの除去等を目的として、化学、電力、鉄鋼、産業廃棄物処理産業等多岐に渡る分野において用いられている。

【0004】 かかる集塵用のハニカムフィルタは、図1に示すように、ハニカムの多数の流通路3の端部を上流側Bと下流側Cとを逆に1マスごとに目封じ部2によって封じられた構造を有し、上流側Bから入った高温ガスは、多孔質の隔壁4を通して下流側Cの穴より抜けていくが、その際に、高温ガス中のダストは隔壁のフィルタ層に捕捉されるといった仕組みを有している。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 ハニカムフィルタの目封じに関して、これまで目封じに使用する目封じ材の材質やその充填方法に工夫を凝らすといった試みはなされてはなかった。しかしながら、特別な工夫を盛り込まずに一般的な材質等を使用して製造したハニカムフィルタは、高温条件下での使用に際し、材質間の熱膨張差に起因して目封じ部や基材にクラックが発生したり、或いは、目封じ部の基材からの剥離や脱落等の不具合が発生する場合があった。

【0006】 従来、目封じ材の充填は、ハニカム状に成形された基材をスラリー状の目封じ材に浸漬させることによって行なわれていた。しかし、目封じ材の乾燥による収縮の結果、充填後の目封じ材の体積が減少してしまい、目封じ部にクラックが発生したり目封じ部が脱落したりするおそれがあった。また、前記目封じ材の充填方法によれば、焼成済のハニカム状に成形された基材を用いて目封じ材の充填を行っていたために、その後、目封じ材の焼結のためだけに再度焼成が必要となる。したがって、ハニカムフィルタの製造工程複雑化するとともに、製造コストが増加するといった問題をも有している。

【0007】 なお、ハニカムフィルタは、そのフィルタ層に一定量以上のダストが捕捉されたとき、もしくは定期的に、通常とは逆向きにエアーを送り込むことによって逆洗し、捕捉されたダスト等を除去する必要がある。その際には、最外周に比して最外周以外のセルにお

ける逆洗エアーの流速が速くなることが一般的であり、このとき逆洗エアーに流速分布が生ずることに起因して最外周と最外周以外の目封じ部に応力差が発生する。一方、ハニカムフィルタを製造するに際し、目封じ深さは全体的に均一となるように設定して目封じ材を充填することが一般的であるために、前述の発生応力差により最外周以外の目封じ部が脱落するおそれがある。

【0008】 本発明は、このような従来技術の有する問題点に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、目封じ部、および基材にクラックが発生したり、目封じ部が基材からの剥離や脱落を起こしたりすることのないハニカムフィルタ、および前記特性を有し、かつ、製造工程が短縮されるとともに製造コストの削減もなされたハニカムフィルタの製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】 すなわち、本発明によれば、多数の平行な流通路を有するとともに、該流通路の端部が交互に目封じされた多孔質のセラミックス基材からなるハニカムフィルタであって、目封じ材が該セラミックス基材と同じ材質のセラミックス粉砕物から構成されていることを特徴とするハニカムフィルタが提供される。

【0010】 本発明においては、セラミックス粉砕物が、セラミックス基材の焼成粉砕物70～80重量%と、セラミックス基材の未焼成粉砕物20～30重量%からなることが好ましく、セラミックス粉砕物の最大粒径が $500\mu\text{m}$ であることが好ましい。

【0011】 また、本発明においては、目封じ材がセラミックス粉砕物100重量部と水33～43重量部からなることが好ましく、最外周以外の流通路の目封じ深さ平均値が、最外周の流通路の目封じ深さ平均値の1.1～1.3倍であることが好ましい。

【0012】 一方、本発明によれば、セラミックス粉末から調製した坯土を多数の平行な流通路を有するハニカム形状に成形する成形工程と、該流通路の端部を交互に目封じする目封じ工程と、ハニカム成形体を焼成する焼成工程とを含む多孔質のセラミックス基材からなるハニカムフィルタの製造方法であって、該セラミックス基材と同材質のセラミックスを粉砕し、当該セラミックス粉砕物を用いて目封じすることを特徴とするハニカムフィルタの製造方法が提供される。

【0013】 本発明においては、セラミックス粉砕物が、セラミックス基材の焼成粉砕物70～80重量%と、セラミックス基材の未焼成粉砕物20～30重量%との混合物であることが好ましく、目開き $500\mu\text{m}$ 以下の篩を通したセラミックス粉砕物を用いることが好ましい。

【0014】 また、本発明においては、セラミックス粉砕物100重量部に対し、水33～43重量部を混合

した目封じ材を用いて目封じすることが好ましく、さらには、目封じ工程に次いで焼成工程を有することが好ましい。

【0015】

【発明の実施の形態】 以下、本発明の実施の形態について説明するが、本発明は以下の実施の形態に限定されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で、当業者の通常の知識に基づいて、適宜、設計の変更、改良等が加えられることが理解されるべきである。

【0016】 本発明のハニカムフィルタは、多数の平行な流通路を有するとともに、その流通路の端部が交互に目封じされた多孔質のセラミックス基材（以下、「基材」という）からなるものであり、目封じのために用いられる目封じ材が、基材と同じ材質のセラミックス粉砕物であることを特徴としている。すなわち、基材と同じ材質であるセラミックスを粉砕して用いるため、高温条件下での使用に際し、材質間の熱膨張差に起因して目封じ部や基材にクラックが発生することがなく、また目封じ部の基材からの剥離や脱落等の不具合が発生することもない。

【0017】 また、本発明に係るハニカムフィルタは、目封じに用いるためのセラミックス粉砕物が、基材の焼成粉砕物と基材の未焼成粉砕物からなることが好ましい。この場合、当該セラミックス粉砕物の組成比率が、基材の焼成粉砕物に関しては70～80重量%が好ましく、72～78重量%がさらに好ましく、74～76重量%が特に好ましい。同時に、基材の未焼成粉砕物に関しては20～30重量%が好ましく、22～28重量%がさらに好ましく、24～26重量%が特に好ましい。

【0018】 ここで、基材の焼成粉砕物は骨材としての役割を有し、基材の未焼成粉砕物は焼結助剤としての役割を有している。本発明においては、両方の基材の粉砕物を当該数値範囲で混合したものを目封じ材として使用するために、目封じ部にクラックが発生したり、基材からの剥離・脱落が発生したりしないばかりでなく、流通路の端部に目封じ材を充填する際の施工性に優れるとともに、その後に焼成する際の焼結性も良好となる。

【0019】 さらに、本発明においては、セラミックス粉砕物の最大粒径が $500\mu\text{m}$ であることが好ましく、 $450\mu\text{m}$ であることがさらに好ましく、 $400\mu\text{m}$ であることがさらに好ましい。セラミックス粉砕物の最大粒径が $500\mu\text{m}$ 超である場合には、良好な目封じを施すことができないおそれがある。したがって、上記の最大粒径に規定した本発明に係るハニカムフィルタおよびその製造方法は、優れた目封じ性能を確保することが可能である。

【0020】 また、上記最大粒径を有するセラミックス粉砕物を得るために、本発明に係るハニカムフィルタの製造方法においては、所定の目開き寸法を有する篩を

通したセラミックス粉砕物を用いる。このとき使用する篩は、目開き $500\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $450\mu\text{m}$ 以下であることがさらに好ましく、 $400\mu\text{m}$ 以下であることが特に好ましい。このような目開き寸法を有する篩を使用しているために、上記好ましい粒径を有するセラミックス粉砕物を調製することが可能である。

【0021】 なお、本発明においては、目封じのために用いる目封じ材が、セラミックス粉砕物100重量部に対して水33～43重量部を添加したものであることが好ましく、35～40重量部を添加したものであることがさらに好ましく、36～38重量部を添加したものであることが特に好ましい。セラミックス粉砕物100重量部に対して水の添加量が33重量部未満である場合には、目封じ材の粘性が高過ぎるために、流通路の端部に圧入することが困難である。また、セラミックス粉砕物100重量部に対して水の添加量が43重量部超である場合には、目封じ材の粘性が低過ぎるために、目封じ材が一定時間、一定の形状を保持できないばかりでなく、乾燥の際の水分蒸発による収縮率が大きく、目封じ部にクラックが発生しやすくなってしまふ。したがって、前記重量部範囲内において水を添加して調製した目封じ材を用いて製造した本発明のハニカムフィルタおよびその製造方法は、施工性に優れているとともに焼結性も良好である。

【0022】 また、本発明においては、最外周以外の流通路の目封じ深さ平均値が、最外周の流通路の目封じ深さ平均値の1.1～1.3倍であることが好ましく、1.2～1.3倍であることがさらに好ましく、1.25倍であることが特に好ましい。すなわち、全ての目封じ部において、発生する応力によって脱落や剥離を生ずることのない十分な目封じ深さを有している。したがって、逆洗エアーに流速分布が生ずることに起因して発生する最外周と最外周以外の流通路の目封じ部における応力差によって最外周以外の流通路の目封じ部が脱落するおそれがない。

【0023】 なお、多孔質の隔壁における汙過面積を十分に確保することが好ましいために、目封じ深さは必要以上に深く設定しないことが好ましい。本発明においては逆洗エアーの流速分布に応じ、目封じ深さにも差を設けているために、目封じ部の脱落を抑止するだけでなく、多孔質の隔壁における汉過面積が十分に確保されるといった効果をも奏する。

【0024】 なお、本願における目封じ深さの平均値は、以下のような方法によって測定・算出するものをいう。すなわち、図2に示すように、流通路3の端部を流通路の長手方向と直交するように適当な長さで切断し、各流通路端部5から目封じ部先端6までの長さAを測定する。次に、最外周以外の長さA、および最外周の長さAの平均値をそれぞれ算出するものである。

【0025】 次に、本発明に係るハニカムフィルタの製造方法を例に挙げ、さらなる詳細を説明する。原材料のセラミックスとしては、例えばコーディライト、ムライト、アルミナ等を挙げることができる。一般的な処方、および工程によって坏土を作製するが、このとき、基材を多孔質とするために、例えばカーボングラファイト等の造孔剤を適当量添加して坏土を作製する。次いで、押出し成形法等により所定のセルピッチを有するハニカム構造体を製造することができる。なお、押出し成形に際し、種々の形状・セルピッチを有する口金を用いることにより、所望の開口形状・セルピッチを有するハニカム構造体とすることができる。

【0026】 前記ハニカム構造体を、概ね $100\sim 130^{\circ}\text{C}$ 、1時間程度乾燥する。ここで、本発明に係るハニカムフィルタの製造方法においては、流通路の端部を交互に目封じし、その後、焼成することが好ましい。本発明に係るハニカムフィルタの製造方法は、従来の目封じの方法を用いた製造方法とは異なり、従来の目封じ材に比して水分含有量が低く、いわゆる粘土状である目封じ材を充填するといった手法を採用している。この場合、目封じされるハニカム状に成形された基材は焼成したものである必要性はなく、目封じは未焼成のハニカム状に成形された基材に対して行うことができる。したがって、従来の目封じ部を有するハニカムフィルタの製造方法において必要とされていた、二回の焼成工程を一回に減ずることが可能である。すなわち、当該ハニカムフィルタの製造工程を簡略化することが可能であるとともに、製造コストの削減にも寄与することができる。

【0027】 続いて、図1に示すように、ハニカムの多数の流通路3の片側端部、例えば上流側Bを1マスごとに目封じ材を圧入することによって封じた後、再び $60\sim 100^{\circ}\text{C}$ 、12時間程度乾燥する。なお、目封じ材は既に述べた方法にしたがって調製すればよいが、このとき、焼成の際の材質間の熱膨張差に起因するクラックの発生を防止することを目的として、目封じ材にも前記造孔剤を適当量添加することが好ましい。ただし、目封じの効果が損なわれることがないよう、十分な目封じ深さを設ける必要がある。したがって、目封じ深さは $15\sim 30\text{mm}$ であることが好ましい。 $15\text{mm}$ 未満では十分な目封じ効果を得ることができないおそれがあり、 $30\text{mm}$ 超では十分な目封じ効果を得ることができる反面、フィルタの汉過面積が減少してしまうために好ましくない。

【0028】 次に、流通路3の反対側端部、例えば下流側Cを、上流側Bとは逆に1マスごとに目封じ材を圧入することによって封じた後、乾燥する。このときの乾燥温度、および時間は概ね $60\sim 100^{\circ}\text{C}$ 、12時間程度でよい。その後、約 $1380\sim 1420^{\circ}\text{C}$ にて3.5時間焼成を行い、多孔質のセラミックス基材からなるハニカムフィルタを製造することができる。



【0029】 なお、前記各工程により製造したハニカムフィルタの表面には、捕捉効率を上げつつ、小圧力損失を実現すべく、多孔質である基材よりもさらに平均気孔径の小さいフィルタ層を設けて用いることが一般的であり、そのフィルタ層を設ける方法としては動加圧真空法、気流コート法、ディッピング法、スラリー直汙過法等を挙げることができる。いずれの方法によってもハニカムフィルタの表面に好適にフィルタ層を設けることが可能であり、いずれかの方法を適宜選択すればよい。

【0030】

【実施例】 以下、本発明の具体的な実施結果を説明する。端面が一辺15mmの正形状を有する長さ500mmのハニカム構造を有する基材に、スラリー直汙過法により、基材よりも平均気孔径の小さいフィルタ層を設けた複層構造のハニカムフィルタを製造した。以下、その実施例の詳細を説明する。

【0031】（実施例1～5、比較例1～8）原材料としてカオリン、タルク、シリカ、アルミナ、及び造孔剤としてカーボングラファイト、並びに成形助剤として有機バインダー（メチルセルロース）を使用して坯土を作製し、一般的な押出し成形法により所定のセルピッチを有するハニカム構造体とした。乾燥後、図1に示すように、ハニカムの多数の流通路3の端部を上流側Bと下流側Cとを逆に1マスごとに所定の目封じ材を用いて封じ、再度乾燥後、1400℃、3.5時間焼成を行って、コーディライトからなる多孔質のセラミックス基材であるハニカムフィルタを製造した。各実施例におけるセルピッチ、目封じ材原料、目封じ材を構成する焼粉と生粉の配合割合、篩目開き寸法、調合水比、ならびに各

実施例に示す条件により製造したハニカムフィルタの目封じ深さ、最外周と最外周以外の流通路の目封じ深さ平均値の比を表1に示す。なお、ここでいう調合水比とは、セラミックス粉砕物100重量部に対して添加した水の重量部のことであり、焼粉とは基材の焼成粉砕物、生粉とは基材の未焼成粉砕物のことである。

【0032】 前記工程により製造した各ハニカムフィルタの表面上に、平均粒子径が10 $\mu$ mのセラミックス粒子よりなる、平均フィルタ層厚50 $\mu$ mの単一フィルタ層を設けた。すなわち、原材料としてコーディライトからなる基材粉砕物を使用し、一般的なスラリー直汉過法によってフィルタ層を設け、乾燥後、1350℃、5時間焼成を行って複層構造のハニカムフィルタを製造した。

【0033】（目封じ部強度確認試験）目封じ部に金属棒を押し付け、流通路と平行に荷重をかけていき、当該目封じ部が押し抜かれたときの荷重値を測定することによって目封じ部強度確認試験を行った。なお、荷重値は294Nとした。次いで、目封じ部とその周辺におけるクラック、剥離、脱落、および基材のクラック発生の有無を目視観察し、また、ハニカムフィルタの品質総合評価を行った。結果を表1に示す。なお、品質総合評価の基準は、目封じ部におけるクラック、剥離、脱落、および基材のクラックのいずれも発生しなかったものを◎、いずれかが微小発生したものを△、いずれかが明らかに発生したものを×とした。

【0034】

【表1】

	セルピッチ (mm)	目封じ材原料	配合割合 (wt%)		篩目開き ( $\mu$ m)	調合水比 (%)	目封じ深さ (mm)		比 (2)/(1)	目封じ部状況				総合評価
			焼粉	生粉			最外周 (1)	最外周以外 (2)		クラック	剥離	脱落	基材クラック	
実施例1	6	基材粉砕物	75	25	500	38	20	25	1.25	無し	無し	無し	無し	◎
実施例2	6	基材粉砕物	70	30	500	38	20	25	1.25	無し	無し	無し	無し	◎
実施例3	6	基材粉砕物	80	20	500	38	20	25	1.25	無し	無し	無し	無し	◎
実施例4	10	基材粉砕物	75	25	500	33	25	30	1.20	無し	無し	無し	無し	◎
実施例5	4	基材粉砕物	75	25	500	43	20	25	1.25	無し	無し	無し	無し	◎
比較例1	6	基材粉砕物	75	25	700	38	20	25	1.25	微小発生	微小発生	無し	無し	△
比較例2	6	基材粉砕物	65	35	500	38	20	25	1.25	無し	無し	無し	発生	×
比較例3	6	基材粉砕物	85	15	500	38	20	25	1.25	無し	発生	発生	無し	×
比較例4	6	基材粉砕物	75	25	500	30	圧入不可能			—	—	—	—	×
比較例5	6	基材粉砕物	75	25	500	45	20	25	1.25	発生	発生	発生	無し	×
比較例6	6	基材粉砕物	75	25	500	38	20	20	1.00	無し	無し	発生	無し	×
比較例7	6	市販コーディライト	—	—	500	38	20	25	1.25	発生	発生	発生	無し	×
比較例8	6	耐火モルタル	—	—	500	38	20	25	1.25	発生	発生	発生	無し	×

【0035】（考察）比較例3～8においては、294N未満の荷重値で目封じ部が押し抜かれた。それに対し、実施例1～5においては、294Nの荷重値で目封じ部が押し抜かれることはなかった。また、実施例1～5においては、目封じ部とその周辺に欠陥が生ずることもなかった。目封じ材原料、目封じ材を構成する焼粉と生粉の配合割合、篩目開き寸法、調合水比、ならびに目

封じ深さ、最外周と最外周以外の流通路の目封じ深さ平均値の比を、本発明に示すような所定の原料および数値範囲内に規定することによって、目封じ部において欠陥が発生せず、また、十分な強度確保が可能であることが判明し、本発明の優れた効果を確認することができた。

【0036】

【発明の効果】 以上説明したように、本発明のハニカ

【図１】 本発明に係るハニカムフィルタの一実施態様を説明する部分断面図である。

【図2】 目封じ深さ平均値の測定・算出方法を説明する模式図である。

1…ハニカムフィルタ、2…目封じ部、3…流通路、4…隔壁部、5…流通路端部、6…目封じ部先端、7…切断部。

A schematic diagram of a multi-layered structure. It consists of three horizontal layers, with the bottom layer labeled '1'. A path, indicated by a line with arrows, starts from the left, enters the top layer, zigzags horizontally and vertically between the layers, and exits to the right. The path is labeled '4' in the top layer. The layers are labeled '2' on the left and '3' on the right. The path enters from the left, labeled 'B', and exits to the right, labeled 'C'. The path is shown as a continuous line with arrows indicating direction.

Fターム(参考) 4D019 AA01 BA05 BB06 BD10 CA01  
CB06  
4D058 JA32 JB06 KA11 KA23 KA25  
KA27